

NOTARIAL CERTIFICATE

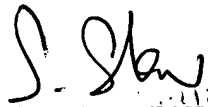
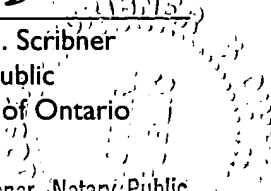
I certify that I have compared the attached copy with the original Verification of Translation and Translation of German Patent Number DD 299,458 A7

dated 12 October 2004

from Ralf Labugger, Ph.D.

and that the said copy is a true copy of the original.

Dated at Kingston, Ontario this 20th day of October, 2004.


Stephen J. Scribner
Notary Public
Province of Ontario

Stephen Joseph Scribner, Notary Public,
Province of Ontario, limited to the attestation
of instruments and the taking of affidavits, for
PARTEQ Research and Development Innovations.
Expires January 9, 2007.

BEST AVAILABLE COPY

VERIFICATION OF TRANSLATION


I, Ralf Labugger

of 32 Ontario St. Apt. 509, Kingston, ON, K7L 2Y1, CANADA

declare as follows:

1. That I am well acquainted with both the English and German language, and
2. That the attached document is a true and correct translation made by me to the best of my knowledge and belief of:
 - (a) German Patent Number DD 299 458 A7

12. Oct. 2004
(Date)


(Signature of Translator)
Ralf Labugger, PhD

(19) **FEDERAL REPUBLIC
of GERMANY**

PATENT SPECIFICATION

(12) **Patent**

(11) **DD 299 458 A7**

Granted according to § 18 section 2
of the GDR patents act
from 27.10.1983
in accordance with the respective
regulations in the federation treaty

5(51) A 62 D 3/00

GERMAN PATENT OFFICE

(21) DD A 62 D / 218 868 8 (22) 04.02.80 (45) 23.04.92

(71) see (73)

(72) Franke, Siegfried, MSc (Chemistry); Meyer, Dieter, MSc (Chemistry); Hartmann, Harald, MSc (Military Sciences); Matschiner, Hermann, Prof. Dr. MSc (Chemistry), GER

(73) Federal Agency for Military Engineering and Provisioning

(54) **Decontaminating agent with universal action against chemical warfare agents**

(57) The decontaminating agent with universal action against chemical warfare agents is suitable for decontamination of military and civil technical equipment, buildings and streets as well as laboratory containers. It is a universally applicable non-aqueous decontaminating fluid of high reactivity, consisting of available or technically easily accessible base materials. By reducing the amine portion and by substituting it with more suitable compounds, the alkali alkoxide content could be increased to up to 2.6 Mol l⁻¹. It was found that a solution of 0.5-2.6 Mol l⁻¹ sodium in 10-60 vol.-% aminoalcohol (dimethylaminoethanol), 0-20 vol.-% alcohol and 20-80 vol.-% alkylcaprolactam decontaminate [sic] chemical warfare agents of the Yperit, Sarin and VX type. To the proposed decontaminating agent up to 25 vol.-% benzene or cyclohexane can be added as co-solvents.

ISSN 0433-6461

Claims:

1. Decontaminating agent with universal action against chemical warfare agents and analogous toxic compounds, **characterized** by a solution of at least 0.5 Mol l^{-1} up to 2.6 Mol l^{-1} metallic sodium in 10 to 60 vol.-% aminoalcohol, preferably dimethylaminoethanol, 0 to 20 vol.-% alcohol and 20-80 vol.-% alkylcaprolactam, preferably N-methyl- ϵ -caprolactam.
2. Decontaminating agent of claim 1, **characterized** by the addition of up to 25 vol.-% benzene or cyclohexane as co-solvents to the solution.

Field of Application of the Invention:

The invention relates to new liquid decontaminating agents with universal action against chemical warfare agents of [sic] military and civil technical equipment, such as armored and non-armored vehicles, airplanes, ships and track vehicles; on facilities such as buildings, streets, runways and on or in laboratory containers as well as against analogous toxic compounds.

Characteristic of known solutions:

Known is, that (1) sodium hydroxide solutions of 2-methoxyethanol in mixture with various amines (J.B. Jackson, US. Pat. 3.079.346 issued 04.05.1960) and that sodium solutions of ethanol in mixture with propylenediamine and dimethylaminoethanol (J. Hutzschenreuter, E. Busch and A. Matthes, GP. DDR 130076 issued 30.05.1969) decontaminate chemical warfare agents of the Yperit, Sarin and V type better than aqueous decontaminating fluids known so far. Besides propylenediamine ethylenediamine and diethylenetriamine are used as amines. Further, (3) solutions of 0.5 to 1 Mol l^{-1} lithium hydroxide or lithium in mixtures of 50 to 75% monoethanolamine and 25 to 50% hexylene glycol (B.C. Wolverton, US. Pat. 3.634.278 issued 11.01.1972), (4) solutions of 0.05 to 5 Mol l^{-1} of a strong base, such as alkali hydroxides, alkali alkoxides, alkali phenoxides and quaternary ammonium hydroxides, and mixtures of 30 to 100 parts dimethyl sulfoxide and 0 to 70 parts alcohol, glycols and triols (P.R. Steyermark, US. Pat. 3.810.842 issued 14.05.1974) and (5) solutions of salicylaldehyde in ethanol with the addition of ethanolamine or sodium methoxide at a pH of 10 to 12 (GP. DDR 209399 issued 14.08.1979) are suggested as non-aqueous decontaminating fluids.

Solutions (1), (2), (3) and in part (4) and (5) act due to their alkali alkoxide content, which, at the same time, can not exceed 1 Mol l^{-1} in these mixtures thus limiting their effectiveness. Further, elaborate means are necessary to stabilize these alcoholates. Also, the hitherto suggested or used decontaminating agents consist of either expensive or limited accessible or rather complex to manufacture base materials.

Aim of Invention:

Aim of the invention are universally applicable, non-aqueous decontaminating fluids of high reactivity for the decontamination of chemical warfare agents or analogous toxic compounds consisting of available or technically easily accessible base materials.

Explanation of the Entity of the Invention:

The goal of the invention is to find a composition, in which by reduction of the amine portion and by substituting it with suitable compounds the alkali alkoxide content can be increased.

It was found that a solution comprising at least 0.5 Mol l^{-1} up to 2.6 Mol l^{-1} metallic sodium in 10 to 60 vol.-% aminoalcohol, preferably dimethylaminoethanol, 0 to 20 vol.-% alcohol, for example methanol, ethanol or propanol and 20-80 vol.-% alkylcaprolactam, preferably N-methyl- ϵ -caprolactam decontaminate [sic] chemical warfare agents, like for example Yperit, Sarin and V type agents within 5 minutes as so far, that the remaining concentrations or remaining toxic densities correspond with only 1/6 to 1/3 of the required norm.

Additionally it was found, that up to 25% methanol as well as benzene or cyclohexane can be added to said mixtures as co-solvents, without said mixtures losing their decontaminating effectiveness. For this reason the decontaminating agents can be produced as concentrated stocks, that can be diluted immediately prior to use. The mixture as described in the invention can be produced with metallic sodium contents of up to 2.6 Mol l^{-1} . This allows new optimizations for production, storage and use of such mixtures.

Examples of Implementation:

Example 1

- (a) 20 cm^3 of a solution of metallic sodium in a mixture comprising 60% dimethylaminoethanol and 20% methanol with the addition of 20% N-methyl- ϵ -caprolactam, with a sodium content of 2.5 Mol l^{-1} , decontaminates 560mg Yperit ($= 28 \text{ mg cm}^{-3}$) within 5 minutes. After 5 minutes only an amount of 0.1 mg ($= 0.005 \text{ mg cm}^{-3}$) could be detected, which lies below the allowed remaining concentration, in case of decontaminating a surface, below the allowed remaining toxic density.
- (b) Same results are achieved, when the sodium content is lowered to 0.6 Mol l^{-1} , without changes to the solvent concentration.
- (c) A mixture with a sodium content of 1.6 Mol l^{-1} , comprising 37.5% dimethylaminoethanol, 12.5% methanol and 50% N-methyl- ϵ -caprolactam, decontaminates the same initial amount of Yperit after 5 minutes, so that only 0.06 mg ($= 0.003 \text{ mg cm}^{-3}$) were detected.
- (d) Thin layer chromatographically and biochemically no remains of the initial amount of 100mg of a V-type agent and Sarin could be detected after 4 and 2 minutes, respectively, in 20 cm^3 of mixtures listed in (a), (b) and (c).
- (e) Decontamination is as efficient using a mixture comprising 15% dimethylaminoethanol, 5% methanol and 80% N-methyl- ϵ -caprolactam with a sodium content of 0.65 Mol l^{-1} .
- (f) The substitution of methanol with ethanol or propanol leads to the same results.

Example 2

- (a) 20 cm^3 of a solution of metallic sodium in a mixture comprising 37.5% dimethylaminoethanol, 12.5% methanol, 25% N-methyl- ϵ -caprolactam and 25% benzene with a sodium content of 1.6 Mol l^{-1} decontaminates 560mg Yperit ($= 28 \text{ mg cm}^{-3}$) within 5 minutes. After 5 minutes the remaining concentration is 0.006 mg cm^{-3} and lies therewith below the allowed remaining concentration of 0.016 mg cm^{-3} . After this time V-type agent and Sarin, were not detectable anymore.
- (b) A solution of 0.8 Mol l^{-1} sodium in a mixture comprising 18.75% dimethylaminoethanol, 6.25% methanol, 37.5% N-methyl- ϵ -caprolactam and 37.5% benzene, decontaminates the same initial amount of Yperit, V-type agent and Sarin just as fast.
- (c) With unchanged sodium content under the same experimental conditions the decontaminating effectiveness of a mixture comprising 18.75% dimethylaminoethanol, 6.25% methanol, 25% N-methyl- ϵ -caprolactam and 50% benzene decreases in a way, that the remaining concentration of Yperit is 0.018 mg cm^{-3} , which complies approximately with the norm for a remaining concentration.



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 299 458 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
In Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) A 62 D 3/00

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD A 62 D / 218 888 B	(22)	04.02.80	(45)	23.04.92
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	siehe (73)
(72)	Franke, Siegfried, Dipl.-Chem.; Meyer, Dieter, Dipl.-Chem.; Hartmann, Harald, Dipl.-Militärwissenschaftler; Matzchner, Hermann, Prof. Dr. Dipl.-Chem., DE
(73)	Bundesamt für Wehrtechnik und Beschaffung, W - 5400 Koblenz, DE

(54)	Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe
------	--

(57) Das Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe ist zur Entgiftung von militärischen und zivilen technischen Mitteln, von Gebäuden und Straßen sowie von Laboratoriumsgefäßen geeignet. Es handelt sich um eine universelle einsetzbare nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeit hoher Reaktivität, bestehend aus verfügbaren oder technisch leicht zugänglichen Ausgangsstoffen. Durch Verringerung des Aminanteiles und dessen Substitution durch geeignetere Verbindungen, konnte der Alkalialkoxidgehalt bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ erhöht werden. Es wurde gefunden, daß eine Lösung aus $0,5-2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ Natrium in 10-80 Vol.-% Aminoalkohol (Dimethylaminoethanol), 0-20 Vol.-% Alkohol und 20-80 Vol.-% Alkylaprolactam chemische Kampfstoffe vom Typ Yperit, Sarin und VX entgiften. Dem vorgeschlagenen Entgiftungsmittel können bis zu 25 Vol.-% Benzin oder Cyclohexan als Ko-Lösungsmittel zugesetzt werden.

Erfindungsanspruch:

1. Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe und analoge toxische Verbindungen, gekennzeichnet durch eine Lösung aus mindestens $0,5 \text{ Mol l}^{-1}$ bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ metallischem Natrium in 10 bis 60 Vol.-% Aminoalkohol, vorzugsweise Dimethylaminoethanol, 0 bis 20 Vol.-% Alkohol und 20–80 Vol.-% Alkylcaprolactam, vorzugsweise N-Methyl- ϵ -caprolactam.
2. Entgiftungsmittel gemäß Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Lösung bis zu 25 % Benzin oder Cyclohexan als Ko-Lösungsmittel zugesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft neue flüssige Entgiftungsmittel mit universeller Wirkung gegen chemische Kampfstoffe aus militärischen und zivilen technischen Mitteln, wie gepanzerten und ungepanzerten Fahrzeugen, Flugzeugen, Schiffen und Schienenfahrzeugen; auf Einrichtungen wie Gebäuden, Straßen, Start- und Landebahnen und auf oder in Laboratoriumsgefäßen sowie gegen analoge toxische Verbindungen.

Charakteristik der bekannten Lösungen

Bekannt ist, daß (1) Natriumhydroxidlösungen von 2-Methoxyethanol im Gemisch mit verschiedenen Aminen (J.B.JACKSON, US. Pat. 3.079.348 vom 04.05.1960) und daß Natriumlösungen von Ethanol in einem Gemisch aus Propylendiamin und Dimethylaminoethanol (J.HUTZSCHENREUTER, E.BUSCH und A.MATTHES, GP. DDR 130078 vom 30.05.1969) chemische Kampfstoffe vom Typ Yperit, Sarin und V-Kampfstoff besser entgiften als bis dahin bekannte wäßrige Entgiftungsflüssigkeiten. Als Amine finden neben dem Propylendiamin vor allem Ethylendiamin und Diethylentriamin Verwendung. Weiter werden als nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeiten (3) Lösungen von $0,5$ bis 1 Mol l^{-1} Lithiumhydroxid oder Lithium in Gemischen aus 50 bis 75 % Monoethanolamin und 25 bis 50 % Hexylenglykol (B.C.WOLVERTON, US. Pat. 3.834.278 vom 11.01.1972), (4) Lösungen von $0,05$ bis 5 Mol l^{-1} einer starken Base, solche wie Alkalihydroxide, Alkalialkoxide, Alkaliphenoxide und quartäre Ammoniumhydroxide, und Gemischen aus 30 bis 100 Teilen Dimethyleulfoxid und 0 bis 70 Teilen Alkohol, Glykole und Triole (P.R.STEYERMARK, US. Pat. 3.810.842 vom 14.05.1974) und (5) Lösungen von Salicylaldehyd in Ethanol mit einem Zusatz von Ethanolamin bzw. Natriumethoxid mit pH 10 bis 12 (GP. DDR 209399 vom 14.08.1979) vorgeschlagen. Die Varianten (1), (2), (3) und teilweise wohl auch (4) und (5) wirken aufgrund ihres Alkali-alkoxidgehaltes, der aber ein Mol l^{-1} in diesen Zusammensetzungen nicht überschreiten kann und daher ihre Wirksamkeit beschränkt. Zur Stabilisierung der Alkoholate sind außerdem aufwendige Maßnahmen erforderlich. Zudem bestehen die bisher vorgeschlagenen oder eingesetzten Entgiftungsmittel aus entweder teuren oder aber schwer zugänglichen bzw. kompliziert herstellbaren Ausgangsverbindungen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung sind universell einsetzbare, nichtwäßrige Entgiftungsflüssigkeiten hoher Reaktivität zur Entgiftung chemischer Kampfstoffe oder analoger toxischer Verbindungen aus verfügbaren oder technisch leicht zugänglichen Ausgangsstoffen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine Zusammensetzung zu finden, in der durch Verringerung des Amin-Anteils und Substitution durch geeignete Verbindungen der Alkali-alkoxidgehalt erhöht werden kann.

Es wurde gefunden, daß eine Lösung aus mindestens $0,5 \text{ Mol l}^{-1}$ bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ metallischem Natrium in 10 bis 60 Vol.-% Aminoalkohol, vorzugsweise Dimethylaminoethanol, 0 bis 20 Vol.-% Alkohol, z. B. Methanol, Äthanol oder Propanol und 20–80 Vol.-% Alkylcaprolactam, vorzugsweise N-Methyl- ϵ -caprolactam chemische Kampfstoffe, wie z. B. Yperit, Sarin und V-Kampfstoff innerhalb von 5 Minuten so entgiften, daß die Restkonzentrationen bzw. die Restvergiftungsdichten nur noch $\frac{1}{5}$ bis $\frac{1}{3}$ der geforderten Normative entsprechen.

Zugleich wurde gefunden, daß zu derartigen Gemischen Methanol und auch Benzine oder Cyclohexan als Ko-Lösungsmittel bis zu 25 % zugemischt werden können, ohne daß diese Gemische ihre entgiftende Wirksamkeit verlieren. Aus diesem Grunde lassen sich die Entgiftungsmittel auch als Konzentrate herstellen, die erst unmittelbar vor der Anwendung verdünnt werden können. Die erfindungsgemäße Mischung läßt sich mit Gehalten an metallischem Natrium bis zu $2,6 \text{ Mol l}^{-1}$ herstellen. Das ermöglicht neue Optimierungen für die Herstellung, Lagerung und Anwendung derartiger Gemische.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

- (a) 20 cm^3 einer Lösung von metallischem Natrium in einem Gemisch aus 60 % Dimethylaminoethanol und 20 % Methanol mit einem Zusatz von 20 % N-Methyl- ϵ -caprolactam, deren Natriumgehalt $2,5 \text{ Mol l}^{-1}$ beträgt, entgiftet 560 mg Yperit

- (= 28 mg cm^{-3}) innerhalb 5 Minuten. Nach 5 Minuten konnte nur noch eine Menge von $0,1 \text{ mg}$ (= $0,005 \text{ mg cm}^{-3}$) ermittelt werden, die unter der zulässigen Restkonzentration, bei Annahme, daß es sich um die Entgiftung einer Fläche handelt, unter der zulässigen Restvergiftungsdichte liegt.
- (b) Zu gleichen Ergebnissen gelangt man, wenn der Gehalt an Natrium bis auf $0,6 \text{ Mol l}^{-1}$ herabgesetzt wird, ohne daß die Lösungsmittelkonzentration geändert wird.
 - (c) Eine Mischung mit einem Natriumgehalt von $1,6 \text{ Mol l}^{-1}$, die aus 37,5% Dimethylaminoethanol, 12,5% Methanol und 50% N-Methyl- ϵ -caprolactam besteht, entgiftet die gleiche Ausgangsmenge an Yperit nach 5 Minuten, so daß nur noch $0,06 \text{ mg}$ (= $0,003 \text{ mg cm}^{-3}$) gefunden wurden.
 - (d) Dünnschichtchromatographisch und biochemisch konnte bei einem V-Stoff nach 4 Minuten und bei Sarin nach 2 Minuten bei einer eingesetzten Menge von 100 mg in 20 cm^3 bei unter (a), (b) und (c) angeführten Gemischen kein Nachweis mehr erbracht werden.
 - (e) Ebenso günstig verläuft die Entgiftung mit einem Gemisch aus 15% Dimethylaminoethanol, 5% Methanol und 80% N-Methyl- ϵ -caprolactam mit einem Natriumgehalt von $0,65 \text{ Mol l}^{-1}$.
 - (f) Wird anstelle von Methanol Ethanol oder Propanol verwendet, resultieren gleiche Ergebnisse.

Beispiel 2

- (a) 20 cm^3 einer Lösung von metallischem Natrium in einem Gemisch 37,5% Dimethylaminoethanol, 12,5% Methanol, 25% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 25% Benzin mit einem Natriumgehalt von $1,6 \text{ Mol l}^{-1}$ entgiftet 560 mg Yperit (= 28 mg cm^{-3}) innerhalb 5 Minuten. Nach 5 Minuten beträgt die Restkonzentration noch $0,006 \text{ mg cm}^{-3}$ und liegt damit unter der zulässigen Restkonzentration von $0,016 \text{ mg cm}^{-3}$. Nach dieser Zeit waren V-Kampfstoff und Sarin nicht mehr nachweisbar.
- (b) Eine Lösung von $0,8 \text{ Mol l}^{-1}$ Natrium in einem Gemisch aus 18,75% Dimethylaminoethanol, 6,25% Methanol, 37,5% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 37,5% Benzin entgiftet Yperit, V-Kampfstoff und Sarin ebenso schnell.
- (c) Bei gleichbleibendem Natriumgehalt verringert sich die entgiftende Wirkung in einem Gemisch aus 18,75% Dimethylaminoethanol, 6,25% Methanol, 25% N-Methyl- ϵ -caprolactam und 50% Benzin so, daß bei gleichen Versuchsbedingungen eine Restkonzentration Yperit von $0,018 \text{ mg cm}^{-3}$ verbleibt, die etwa der normalen Restkonzentration entspricht.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.